

超臨界流体クロマトグラフ用分析カラム

Packed Columns for Supercritical Fluid Chromatograph

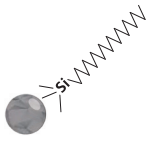
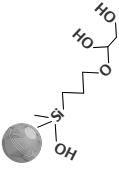
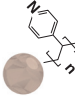
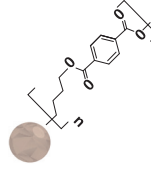
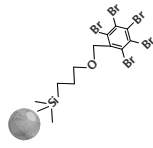
Shim-pack UCシリーズ メソッドスクリーニング用カラムセット

CoreFocus



多様な化合物の分離に対応した固定相を有するカラムセット

Shim-pack™ UCシリーズは、様々な固定相（順相、逆相、ミックスモード）をラインナップしており、多様な化合物の分離に対応することが可能です。超臨界流体クロマトグラフィ（SFC）は、使用する固定相に関係なく、超臨界流体二酸化炭素とモディファイアー（メタノールなどの有機溶媒）の混合物を使用します。したがって、すべてのカラムで同じ移動相組成を連続分析に使用することができます。カラムのスクリーニングには、異なる分離選択性を有する6本カラムのセットを使用いただくことで、効率よくカラムを選択することが可能です。

	6本カラムセット					
	UC-ODS	UC-Sil II	UC-Diol II	UC-PolyVP	UC-PolyBT	UC-PBr
Chemistry						
Features	分離モードは逆相系。疎水性作用により保持。	塩基性化合物の保持・立体構造の認識に優れる。	分離モードは順相系。非特異的相互作用を抑制。	酸塩基無添加条件でも良好なピーク形状を発揮。	π-π相互作用により、芳香族化合物の認識性に優れる。	ODSでは保持が小さい化合物の分離を改善。

メソッドスクリーニング向けには3.0 μm、3.0 x 150 mmカラムをご使用ください。対応する5.0 μm、4.6 x 250 mmカラムもお選びいただけます。

カラム名	内径×長さ 3 μm、3.0×150 mm	内径×長さ 5 μm、4.6×250 mm
Shim-pack UC-ODS	227-32608-04	227-32608-05
Shim-pack UC-Sil II	227-32607-09	227-32607-02
Shim-pack UC-Diol II	227-32606-09	227-32606-02
Shim-pack UC-PolyBT	227-32501-13	227-32503-12
Shim-pack UC-PolyVP	227-32507-13	227-32509-12
Shim-pack UC-PBr	227-32602-09	227-32602-02

Shim-pack UCシリーズの詳細については、カタログをご参照ください。

Shim-pack UC シリーズ
(C190-0422)



SWIFT手法の概要

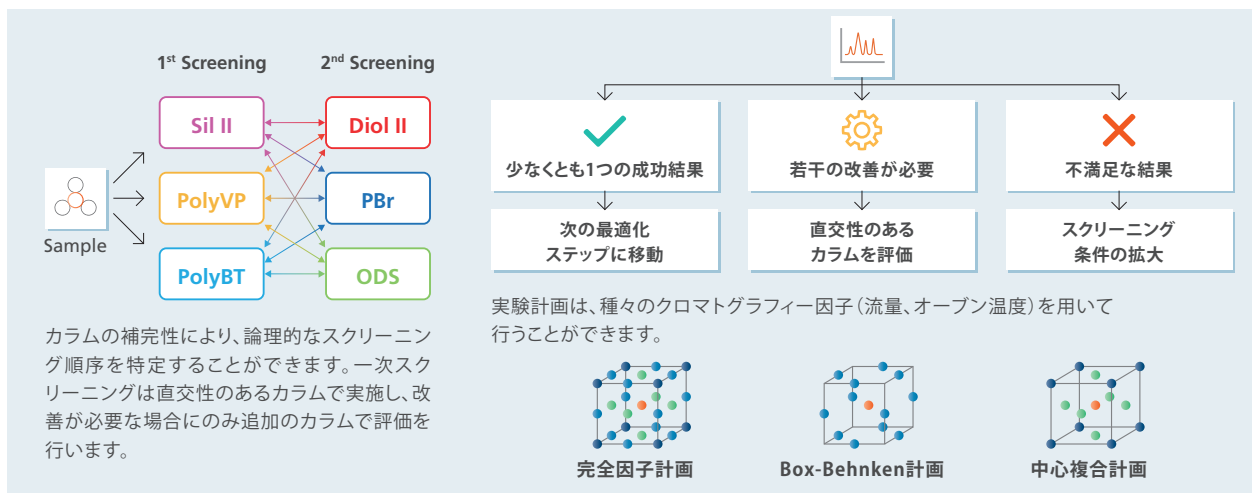
島津製作所は、SFC手法の開発を容易にするために「**SWIFT (SFC Workflow for Intelligent and Fast Tuning)**」を提供しています。

SWIFTは、補完的なカラムと意思決定ツリー型のワークフローを組み合わせることで、スクリーニングを簡素化します。

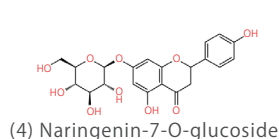
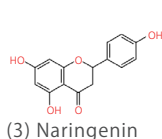
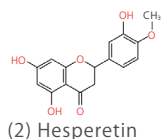
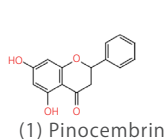
スクリーニング評価およびDoEに基づく最適化のための、Shim-pack UCカラムの相補性を考慮したスクリーニング手順をLabSolutions™ MDがサポートします。



LabSolutions MD



フラバノンのケーススタディ



メソッド開発ワークフロー

Step 1
カラムスクリーニング

Step 2
共溶媒の調整

Step 3
グラジエント条件の最適化

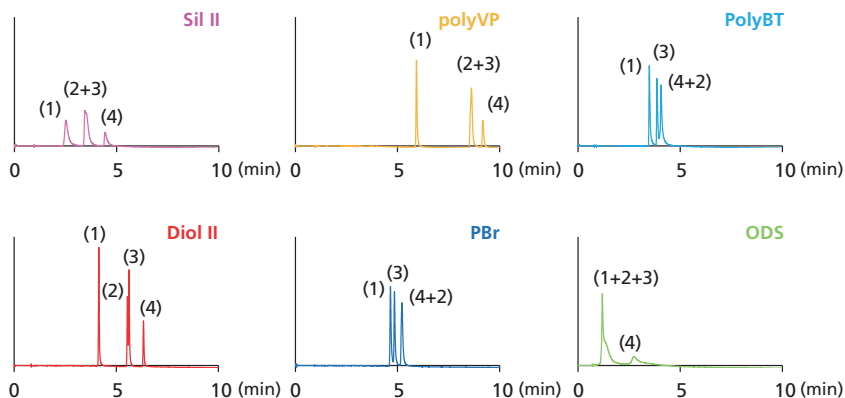
Step 1 カラムスクリーニング

1st Screening on Sil II, PolyVP and PolyBT:

- Flowrate: 1.2 mL/min
- Gradient: 5 to 100 % B
- Co-solvent (B): MeOH-H₂O (95-5) + 20 mmol/L ammonium formate
- Oven temp.: 25 °C
- Back-pressure: 150 bar

若干の改善が必要
→ 直交性のあるカラムを評価

Diol II, PBr, ODSによる
二次スクリーニング



Column	Min. resolution	Peak count	Separated peak count	Evaluation value
Sil II	0.418	4	2	17.67
PolyVP	0.405	4	2	17.62
PolyBT	0.417	4	1	16.61
Diol II	0.985	4	3	19.94
PBr	0.471	4	0	17.22
ODS	0.36	4	0	13.07

カラムスクリーニングの結果、UC Diol IIが最適なカラムと特定
→ 共溶媒の調整へ進む

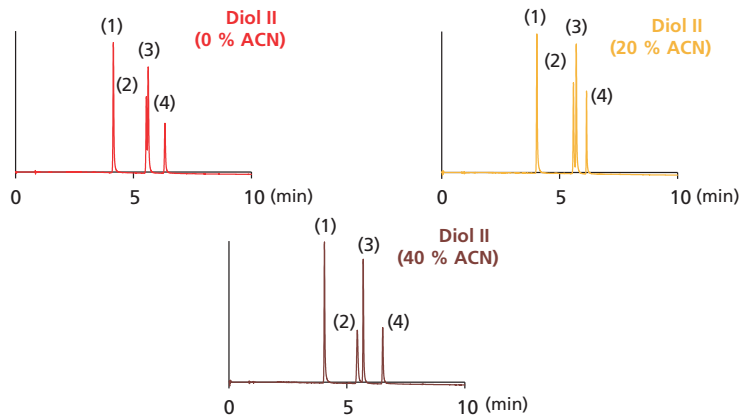
Step 2 共溶媒の調整

カラムスクリーニングで最も高い評価値を示したカラム/グラジエントの組み合わせを用います。カラムスクリーニングで選択された添加剤条件は共溶媒濃度の調整時にも維持します。

ACN* addition:

- Column: Shim-pack UC **Diol II** (3.0 × 150 mm, 3 μm)
- Flowrate: 1.2 mL/min
- Gradient: 5 to 100 % B
- Co-solvent (B):
 - MeOH-H₂O (95-5) + 20 mmol/L ammonium formate
 - MeOH-ACN-H₂O (75-20-5) + 20 mmol/L ammonium formate
 - MeOH-ACN-H₂O (55-40-5) + 20 mmol/L ammonium formate
- Oven temp.: 25 °C
- Back-pressure: 150 bar

*ACN:アセトニトリル



Co-solvent	Min. resolution	Separated peak count	Evaluation value
0 % ACN	0.985	3	19.94
20 % ACN	1.662	2	22.65
40 % ACN	2.681	4	24.00

クロマトグラフィー性能へのプラスの影響
→グラジエント最適化へ進む

Step 3 グラジエント条件の最適化

Focus gradient test:

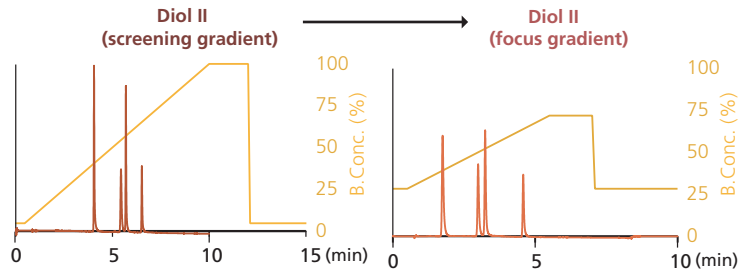
- Column: Shim-pack UC **Diol II** (3.0 × 150 mm, 3 μm)
- Flowrate: 1.2 mL/min
- Gradient: C_{e first} - 7.5 % (28.2 %) to C_{e last} + 7.5 % (67.9 %) of B
- Co-solvent (B): MeOH-ACN-H₂O (55-40-5) + 20 mmol/L ammonium formate
- Oven temp.: 25 °C
- Back-pressure: 150 bar

DoE for gradient optimization:

- Column: Shim-pack UC **Diol II** (3.0 × 150 mm, 3 μm)
- Flowrate: 1.2 mL/min
- Gradient: **initial/final of % B and gradient time optimized by DoE**
- Co-solvent (B): MeOH-ACN-H₂O (55-40-5) + 20 mmol/L ammonium formate
- Oven temp.: 25 °C
- Back-pressure: 150 bar

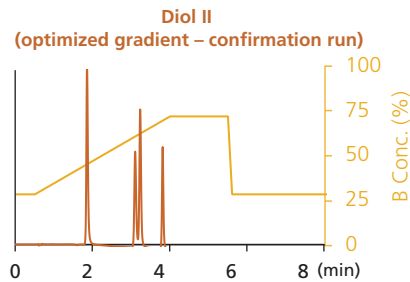
低C_i、高C_f、短いグラジエント時間で最適条件が得られました。最適条件を確認するための分析を行いました。

1. 最初のピーク (C_{e first}) と最後のピーク (C_{e last}) の溶出における共溶媒比を用いてフォーカスグラジエントを設定
2. 適合性をチェックする
3. DoEを用いてフォーカスグラジエントを最適化する
4. 最終条件の確認



DoE 最適化では以下のパラメータを使用
Initial concentration (C_i)、Final concentration (C_f)、Gradient time (t_g)

DoE point	Initial Conc. (C _{e first} - x %)	Final Conc. (C _{e last} + x %)	Gradient time
-1	C _{e first} - 5 %	C _{e last} + 5 %	2.5 min
0	C _{e first} - 7.5 %	C _{e last} + 7.5 %	5 min
+1	C _{e first} - 10 %	C _{e last} + 10 %	7.5 min

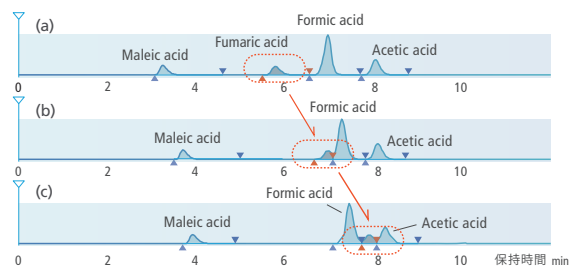


分析法開発支援ソフトウェア

LabSolutions MD

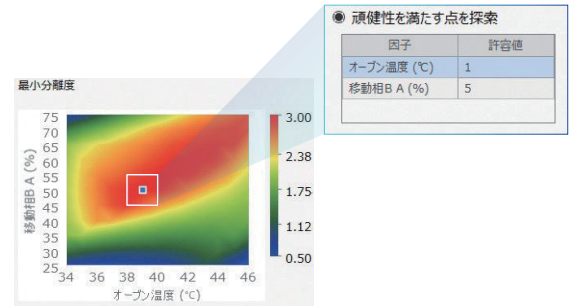
対象成分のピークを自動でトラッキング

右図は、フマル酸のピークを自動で同定した事例です。フマル酸は、酸濃度やカラムオープン温度によって保持時間が変動します。他の成分をピーク高さでフィルターし、保持時間が変動するフマル酸も自動で同定します。このようにパラメーターを複合的に用い、ピークを同定できます。



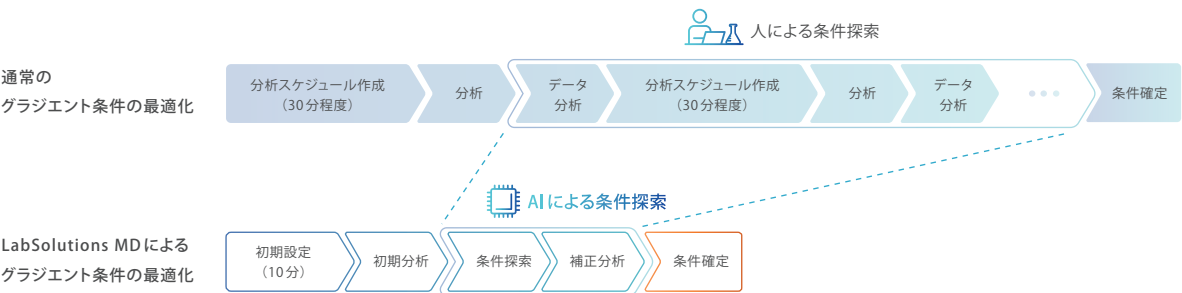
デザインスペースを用いて最も頑健な分析条件を特定

初期スクリーニングでは、分析条件のパラメーターを自動設定して分析します。そこで得られたパラメーターの変動が分離に与える影響を視覚的に描画可能です。右図のような縦軸に移動相Bの有機溶媒濃度、横軸にカラムオープン温度を示すデザインスペースでは、有機溶媒の混合比率が50 %かつカラムオープン温度が39 °Cの条件が最も頑健であることが一目でわかります。



独自のAIアルゴリズムに基づくグラジエント条件の自動最適化

独自のAIアルゴリズムにより、ユーザーが設定した分離度のクライテリアを満たすグラジエント条件の自動探索が可能です。通常のメソッド開発では、分析スケジュールの作成やデータ解析において人による作業は不可欠です。しかし、本機能は得られたデータを基に次のグラジエント条件を自動生成するため、人による作業なしでグラジエント条件の探索が可能です。





CoreFocus、Shim-packおよびLabSolutionsは、株式会社島津製作所またはその関係会社の日本およびその他の国における商標です。

本文書に記載されている会社名、製品名、サービスマークおよびロゴは、各社の商標および登録商標です。

なお、本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。

本製品は、医薬品医療機器法に基づく医療機器として承認・認証等を受けておりません。

治療診断目的およびその手続き上での使用はできません。

トラブル解消のため補修用部品・消耗品は純正部品をご採用ください。

外観および仕様は、改良のため予告なく変更することがありますのでご了承ください。

消耗品のご相談窓口（日本国内販売元）

株式会社 島津ジーエルシー

<https://solutions.shimadzu.co.jp/glc/>

本 社 111-0053 東京都台東区浅草橋5-20-8 CSタワー5F TEL (03) 5835-0120

関西支店 531-0072 大阪市北区豊崎3-1-22 淀川6番館6F TEL (06) 7220-9086

株式会社 島津製作所

分析計測事業部 604-8511 京都市中京区西ノ京桑原町1

島津コールセンター（操作・分析に関する相談窓口） ☎ 0120-131691 IP電話等：(075) 813-1691